

RECYCLING METHOD FOR DISK-SHAPED INFORMATION RECORDING MEDIUM

Patent number: JP2002155162
Publication date: 2002-05-28
Inventor: ITO MITSUNORI
Applicant: IDEMITSU PETROCHEMICAL CO
Classification:
- **International:** C08J11/08; B09B3/00; G11B7/26; C08L69/00
- **European:**
Application number: JP20000355509 20001122
Priority number(s): JP20000355509 20001122

Report a data error here

Abstract of JP2002155162

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for recovering a polycarbonate resin having physical properties enough to be a molding material from a disk-shaped information recording medium waste.

SOLUTION: In a method for recovering a polycarbonate resin by separating and removing a thin laminated film from a disk-shaped information recording medium prepared by forming the thin film on a polycarbonate resin substrate, the thin film is separated and removed by crushing the recording medium and bringing the crushed medium into contact with a halogen-free solvent or a supercritical medium, and the resultant polycarbonate resin powder is subjected to solid phase polymerization to give a polycarbonate resin having a viscosity average mol.wt. of 16,000 or higher.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-155162

(P2002-155162A)

(43) 公開日 平成14年5月28日 (2002.5.28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
C 0 8 J 11/08	Z A B	C 0 8 J 11/08	Z A B 4 D 0 0 4
B 0 9 B 3/00		G 1 1 B 7/26	4 F 3 0 1
G 1 1 B 7/26		C 0 8 L 69:00	5 D 1 2 1
// C 0 8 L 69:00		B 0 9 B 3/00	3 0 4 P

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-355509(P2000-355509)

(22) 出願日 平成12年11月22日 (2000.11.22)

(71) 出願人 000183657

出光石油化学株式会社

東京都墨田区横綱一丁目6番1号

(72) 発明者 伊藤 光則

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(74) 代理人 100089185

弁理士 片岡 誠

Fターム(参考) 4D004 AA07 AA24 BA07 CA04 CA39

CA40 CB12 CC04

4F301 AA26 CA09 CA12 CA32 CA45

CA72 CA73

5D121 GG16 GG30

(54) 【発明の名称】 ディスク状情報記録媒体のリサイクル方法

(57) 【要約】

【課題】 ディスク状情報記録媒体廃棄物より成形素材用として十分な物性を有するポリカーボネート樹脂を回収する方法を提供すること。

【解決手段】 ポリカーボネート樹脂製基板上に積層薄膜を設けてなるディスク状情報記録媒体より該薄膜を分離除去してポリカーボネート樹脂を回収する方法において、ディスク状情報記録媒体を粉砕してハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることにより積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂粉末を原料として固相重合を行い、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とするディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリカーボネート樹脂製基板上に積層薄膜を設けてなるディスク状情報記録媒体より該薄膜を分離除去してポリカーボネート樹脂を回収する方法において、該ディスク状情報記録媒体を粉碎してハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることにより積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂粉末を原料として固相重合を行い、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とすることを特徴とするディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【請求項2】 ディスク状情報記録媒体が、ポリカーボネート樹脂製基板上に、色素層と反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられたディスク状情報記録媒体である請求項1に記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【請求項3】 ディスク状情報記録媒体が、ポリカーボネート樹脂製基板上に、誘導体層と記録膜、反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられたディスク状情報記録媒体である請求項1に記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【請求項4】 積層薄膜の分離除去を、ディスク状情報記録媒体を粉碎した後、該粉碎物に超音波を照射しながら行う請求項1～3のいずれかに記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、廃棄されたディスク状情報記録媒体の処理方法に関する。さらに詳しくは、廃棄されたディスク状情報記録媒体から基板を回収した後、基板の樹脂を高分子量化して物性の改良されたポリカーボネート樹脂として回収する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】光ディスクなどのディスク状情報記録媒体は、高密度記録が可能であることから、音楽や画像、各種情報の記録に幅広く利用されている。このディスク状情報記録媒体には、ポリカーボネート樹脂製基板上に色素層と反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられたコンパクトディスクや、ポリカーボネート樹脂製基板上に誘導体層と記録膜、反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられてなる光磁気記録ディスクが大量に用いられている。

【0003】そして、これらディスク状情報記録媒体の廃棄物は、回収後に焼却などによる廃棄処分がなされてきたが、自然環境への影響に配慮して、これらリサイクルする方法が検討されている。例えば、特開平7-207059号公報や特開平7-207060号公報、特開平7-316280号公報においては、ディスク状情報記録媒体の廃棄物を粉碎して基板上の積層薄膜部分を分離除去した後、基板のポリカーボネート樹脂を分解して、原料のビスフェノール類として回収する方法を提案

しているが、この方法では回収までの工程数が多く、経費もかさむという問題がある。

【0004】また、特開平7-256639号公報においては、光磁気記録ディスクをアルカリ水溶液中で粉碎処理して積層薄膜部分を基板から分離除去することによりポリカーボネート樹脂を回収する方法が提案されているが、光磁気記録ディスク用のポリカーボネート樹脂は、一般の成形素材用ポリカーボネート樹脂よりも分子量の低いものが使用されているので、回収されたポリカーボネート樹脂の用途が限定されるという難点がある。また、特開平8-142054号公報においては、ディスク状情報記録媒体廃棄物の粉碎物から積層薄膜部分を分離除去することなく、一般の成形素材用ポリカーボネート樹脂とブレンドして成形素材とする方法を提案しているが、その成形素材の物性や成形品外観などの点において、その用途が限定されるという難点がある。さらに、特開平11-152371号公報においては、成形機からの滴下物やディスク状情報記録媒体などのポリカーボネート樹脂廃棄物を塩素化炭化水素溶剤に溶解させ、不溶性物質を除去した後、その溶液にポリカーボネートの非溶剤を加え、固体のポリカーボネートを回収する方法を提案している。しかしながら、この場合、溶剤に塩素化炭化水素を使用していることから、回収されたポリカーボネート中に残存する塩素化炭化水素により成形機が腐食されるという難点がある。

【0005】このようなことから、ディスク状情報記録媒体の廃棄物より、成形素材に用いるのに十分な物性を有するポリカーボネート樹脂として回収する方法の開発が望まれていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ディスク状情報記録媒体の廃棄物より、成形素材に用いるのに十分な物性を有するポリカーボネート樹脂として回収する方法を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するため種々検討を重ねた結果、ポリカーボネート樹脂製基板上に積層薄膜部を設けてなるディスク状情報記録媒体より該薄膜を分離除去してポリカーボネート樹脂を回収する方法において、該ディスク状情報記録媒体を粉碎してハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることにより積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂粉末を原料として固相重合を行い、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とすることにより、上記目的を達成し得ることを見出し、これら知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明の要旨は下記のとおりである。

(1) ポリカーボネート樹脂基板上に積層薄膜を設けて

なるディスク状情報記録媒体より該薄膜を分離除去してポリカーボネート樹脂を回収する方法において、該ディスク状情報記録媒体を粉碎してハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることにより積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂粉末を原料として固相重合を行い、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とすることを特徴とするディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

(2) ディスク状情報記録媒体が、ポリカーボネート樹脂基板上に、色素層と反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられたディスク状情報記録媒体である前記

(1) に記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

(3) ディスク状情報記録媒体が、ポリカーボネート樹脂基板上に、誘導体層と記録膜、反射膜および保護層からなる積層薄膜が設けられたディスク状情報記録媒体である前記(1) に記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

(4) 積層薄膜の分離除去を、ディスク状情報記録媒体を粉碎した後、該粉碎物に超音波を照射しながら行う前記(1)～(3)のいずれかに記載のディスク状情報記録媒体のリサイクル方法。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明は、ポリカーボネート樹脂基板上に積層薄膜を設けてなるディスク状情報記録媒体より該薄膜を分離除去してポリカーボネート樹脂を回収する方法において、該ディスク状情報記録媒体を粉碎してハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることにより積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂粉末を原料として固相重合を行い、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とすることを特徴とするディスク状情報記録媒体のリサイクル方法である。

【0010】これらディスク状情報記録媒体の基板として使用されているポリカーボネート樹脂は、通常、二価フェノールとカーボネート前駆体を用いて、これらを溶液法や溶融法により反応させることにより製造されたものである。この二価フェノールとしては、種々の化合物が用いられているが、例えば、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジメチルフェニル)プロパン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサンなどのビス(4-ヒドロキシフェニル)アルカン類や、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホンなどが用いられている。また、カーボネート前駆体としては、ホスゲンや、ジフェニルカーボネート、二価フェノールのジハロホルメートなどが用いられている。さらに、このポリカーボネ

ト樹脂の製造に際しては、触媒や分子量調節剤などを用いて、粘度平均分子量が14,000～16,000の範囲内のポリカーボネート樹脂が基板の成形素材に用いられている。

【0011】そして、このポリカーボネート樹脂基板上に設けられる積層薄膜は、情報記録媒体の形態によって異なり、例えば、基板上に反射膜と保護層を設けたものや、基板上に色素層と反射膜および保護層を積層して構成したものが用いられている。この色素層にはシアニン色素などの有機化合物が用いられ、反射膜としてはアルミニウムが用いられている。また、保護層にはアクリル樹脂などの紫外線硬化樹脂が用いられている。そして、光磁気記録ディスクにおいては、基板上に珪素系の誘導体膜、テルビウム合金の記録膜およびアルミニウム金属反射膜の薄膜が積層されて構成されている。これらいずれの形態の積層薄膜を設けて構成されたディスク状情報記録媒体の廃棄物であっても、本発明のリサイクル方法の対象とすることができる。

【0012】つぎに、これらディスク状情報記録媒体の基板より積層薄膜を分離除去するにあたっては、予め、そのディスク状情報記録媒体を平均寸法1～50mm、好ましくは2～20mmの粉碎物に粉碎した後、この粉碎物をハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させることによって、該薄膜を分離除去する。このディスク状情報記録媒体の粉碎物の平均寸法を1～50mmとするのは、その後の積層薄膜の分離除去工程における該薄膜の基板からの分離が、ディスク状情報記録媒体の破断面に露出した色素層の切断端部より色素が溶出することによって基板から剥離するようになるので、適度の破断面を出現させるためである。この粉碎物の平均寸法が50mm以上であると、基板からの該薄膜の分離除去に長時間を要するようになり、またこの寸法を1mm未満とするにはその粉碎に要するエネルギーが増大するからである。

【0013】ここでの粉碎は、乾式粉碎でも湿式粉碎でもよいが、好ましいのは湿式粉碎である。粉碎機としては、ハンマクラッシャー、ジョークラッシャー、ハンマミル、カッターミル、フェザーミル、ターボミルなど一般的な機器によればよい。また、この粉碎時の温度は0～50℃、好ましくは20～25℃であり、粉碎時間は10秒～10分、好ましくは1分～7分とすればよい。

【0014】そして、このディスク状情報記録媒体の粉碎物にハロゲン非含有溶剤または超臨界媒体と接触させて、基板から積層薄膜を分離除去するのであるが、ここで用いるハロゲン非含有溶剤としては、例えば、水、メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコールなどのアルコール系溶剤；1,2-エチレンジオール；グリセリン；メチルセロソルブやエチルセロソルブなどのセロソルブ系溶剤；

4-ヒドロキシ-2-ブタノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-3-ブタノン、ジアセトンアルコールなどのヒドノキシケトン系溶剤；アセトンやメチルエチルケトンなどのケトン系溶剤；テトラヒドロフランなどのエーテル系溶剤が好適なものとして挙げられる。また、超臨界媒体としては、二酸化炭素などの超臨界状態の媒体が挙げられる。

【0015】このディスク状情報記録媒体の粉砕物の積層薄膜を基板から分離除去する場合の好ましい方法として、この粉砕物に超音波を照射しながら行うことができる。この超音波の周波数は、24～28KHzの範囲であるのが好ましく、超音波振動により生ずるエネルギー密度は、0.5W/cm²以上とするのが好ましい。また、この超音波の照射時の媒体としては、水やアルコール系溶剤、ケトン系溶剤、エーテル系溶剤などの上記ハロゲン非含有溶剤が好適に用いられる。さらに、水を用いる場合には、界面活性剤を添加すると、反射膜の基板への再付着防止や処理後の水切りを効果的に行うことができる。

【0016】つぎに、このようにしてディスク状情報記録媒体より積層薄膜を分離除去した後、得られたポリカーボネート樹脂基板の粉末を原料として固相重合し、粘度平均分子量16,000以上のポリカーボネート樹脂とすることにより、一般の成形加工品の成形素材として用いることのできる物性を有するポリカーボネート樹脂として回収する。

【0017】このポリカーボネート樹脂粉末を原料とする固相重合工程においては、まず、ポリカーボネート樹脂粉末の結晶化処理を行い、その形態を多孔質で粉末状または顆粒状のポリカーボネート樹脂とする。この結晶化処理法としては、溶媒処理法、超臨界媒体処理法、熱結晶化法のいずれを採用してもよい。この溶媒処理法において用いる溶媒としては、クロロメタンや塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、クロロエタン、ジクロロエタン類、トリクロロエタン類、トリクロロエチレン、テトラクロロエタン類などの脂肪族ハロゲン化炭化水素、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン類などの芳香族ハロゲン化炭化水素、テトラヒドロフラン、ジオキサンなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、アセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、ベンゼン、トルエン、キシレン類などの芳香族炭化水素から選ばれる1種または2種以上の溶媒が挙げられる。

【0018】この基板の粉砕物の結晶化処理時に、その後に行う固相重合用の触媒を添加して均一分散させておくのが好都合である。ここで用いる触媒については特に制約はなく、公知の固相重合触媒、例えば、テトラアルキルアンモニウムや、テトラアルキルホスホニウムカルボキシレート、第四アンモニウムピオキシアニオン塩、遷移金属酸化物、遷移金属アルコキシドなどが挙げられ

る。この触媒の添加量は、原料ポリカーボネート樹脂中の濃度において0.1～200ppmの範囲とするのが好ましい。

【0019】また、基板の粉砕物を超臨界媒体処理法により結晶化処理をする場合には、基板の粉砕物に、二酸化炭素を液化した状態あるいは超臨界状態で接触させることにより結晶化させることができる。さらに、この基板の粉砕物を熱結晶化法により結晶化処理する場合には、この基板に用いられているポリカーボネートの溶融温度に応じて、180～240℃の範囲内の温度で加熱処理することにより結晶化させることができる。

【0020】つぎに、この触媒を添加した原料ポリカーボネート樹脂の固相重合工程においては、その反応温度を原料ポリカーボネート樹脂の溶融温度より50℃低い温度を超え、かつ、原料ポリカーボネート樹脂の溶融温度未満の温度範囲とする。このような温度範囲で反応を行うのは、反応温度が原料ポリカーボネート樹脂の溶融温度より50℃低い温度以下であると、その反応速度が遅くなって生産性が低下し、また反応温度が原料ポリカーボネート樹脂の溶融温度以上になると、粉末状または顆粒状の原料ポリカーボネート樹脂が融着して、この反応で生成する芳香族モノヒドロキシ化合物やジアリールカーボネートの反応系外への拔出しが困難になり、高分子量の進行が阻害されることがあるからである。

【0021】また、この固相重合反応によって生成する芳香族モノヒドロキシ化合物やジアリールカーボネートは、速やかに反応系外に抜き出すことが反応を促進する上で好ましい。そこで、この反応系に、窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス、二酸化炭素ガスなどの不活性ガスまたはメタンガスやエタンガス、プロパンガス、ブタンガスなどの低級炭化水素ガスを導入して、これら芳香族モノヒドロキシ化合物やジアリールカーボネートを不活性ガスなどに随伴させて反応系外に抜き出すようにするのがよい。また、反応系を減圧にして反応を行い、ここで生成する芳香族モノヒドロキシ化合物やジアリールカーボネートを反応系外に抜き出す方法を採用してもよい。

【0022】そして、この原料ポリカーボネート樹脂の固相重合は、得られる生成ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量が16,000以上となるまで反応を行うようにする。したがって、予め、ディスク状情報記録媒体廃棄物の粉砕物よりサンプル採取して、その粘度平均分子量を把握しておく、反応温度や反応時間の設定に好都合である。この生成ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量を16,000以上とするのは、ディスク状情報記録媒体廃棄物からの回収ポリカーボネート樹脂を、一般の芳香族ジヒドロキシ化合物から合成されたポリカーボネート樹脂と同等の耐衝撃強度や引張強度などの機械的強度や高耐熱性を有し、各種成形品の素材として利用することのできる物性を具備したポリカーボネート樹脂

として得るためである。

【0023】このようにしてディスク状情報記録媒体廃棄物からの回収ポリカーボネート樹脂は、これを単独で、あるいは他のポリカーボネート樹脂、さらにはポリカーボネート樹脂以外の高強度樹脂と配合して、自動車部品や電気・電子機器のハウジング、OA機器のハウジングなど幅広い分野における成形素材として使用することができる。

【0024】

【実施例】つぎに、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

【実施例1】コンパクトディスクの廃棄物を粉砕して、その寸法が5~20mmの粉砕物を得た。ついで、この粉砕物を純水中において、10分間、超音波照射した。超音波発振器の周波数は26KHzであり、出力は600Wとした。この結果、コンパクトディスクの色素相から色素が浸出して、基板と色素相との間が剥離し、反射膜は一部が保護膜に付着し、他部が金属粉として分離した。

【0025】つぎに、基板を回収して、これをエチルアルコールを媒体として、3分間、超音波照射することにより、基板に付着している色素をエチルアルコール中に溶解させて、清浄な基板の破砕物を得た。この破砕物よりサンプリングして測定したこの原料ポリカーボネートの粘度平均分子量は、14,200と低いものであった。ちなみに、この程度の分子量のポリカーボネート樹脂では、機械的強度が低く、一般の成形品の素材にすることができない。

【0026】つぎに、ジムロートと攪拌機を備えた内容積100ミリリットルのニッケル製セパラブルフラスコに、上記で回収した基板の破砕物20gと、溶媒のバラキシレン50ミリリットルおよび固相重合触媒のシクロ

ヘキシルトリフェニルホスホニウムテトラフェニルボレート0.52mgを投入し、マントルヒーターによって160℃に加熱した。そして、このセパラブルフラスコの内容物を攪拌しながら、1時間にわたりバラキシレンを還流させて、原料ポリカーボネートの溶媒処理をした。その後、セパラブルフラスコをマントルヒーターから外して、室温まで冷却し、析出した結晶性ポリカーボネートをろ別し、風乾した。ここで得られたポリカーボネート粉体の収量は19.6g、回収率は98%であった。

【0027】ついで、ここで得られたポリカーボネート粉体10gを、直径58mm、長さ170mmのステンレス製管型反応器に入れ、反応器には窒素ガスを100ミリリットル/分の流量で流通させながら、室温から240℃まで昇温し、240℃で1時間にわたり固相重合を行った。反応終了後、反応器を室温まで冷却し、目的とするポリカーボネート樹脂を回収した。ここで得られたポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量は、21,800であった。

【0028】【実施例2】実施例1と同様にして、コンパクトディスク廃棄物から清浄な基板の破砕物を回収した。つぎに、この基板破砕物を、温度150℃、圧力15MPaの条件において、超臨界二酸化炭素処理により結晶化した後、実施例1と同様に固相重合を行い、分子量の増大したポリカーボネート樹脂を得た。ここで得られたポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量は、22,300であった。

【0029】

【発明の効果】本発明の方法によれば、ディスク状情報記録媒体の廃棄物より、成形素材に用いるのに十分な物性を有するポリカーボネート樹脂として回収する方法を提供することができる。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-155162

(43)Date of publication of application : 28.05.2002

(51)Int.Cl.

C08J 11/08
B09B 3/00
G11B 7/26
// C08L 69:00

(21)Application number : 2000-355509

(71)Applicant : IDEMITSU PETROCHEM CO LTD

(22)Date of filing : 22.11.2000

(72)Inventor : ITO MITSUNORI

(54) RECYCLING METHOD FOR DISK-SHAPED INFORMATION RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for recovering a polycarbonate resin having physical properties enough to be a molding material from a disk-shaped information recording medium waste.

SOLUTION: In a method for recovering a polycarbonate resin by separating and removing a thin laminated film from a disk-shaped information recording medium prepared by forming the thin film on a polycarbonate resin substrate, the thin film is separated and removed by crushing the recording medium and bringing the crushed medium into contact with a halogen-free solvent or a supercritical medium, and the resultant polycarbonate resin powder is subjected to solid phase polymerization to give a polycarbonate resin having a viscosity average mol.wt. of 16,000 or higher.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The recycle approach of the disk-like information record medium characterize by to perform solid state polymerization and to consider as with a viscosity average molecular weight of 16,000 or more polycarbonate resin by using the obtained polycarbonate-resin powder as a raw material after carrying out the separation removal of the laminating thin film by grinding this disk-like information record medium, and making halogen a non-containing solvent or, and a supercritical medium contact in the approach of carrying out separation removal of this thin film, and collecting polycarbonate resin from the disk-like information record medium which come to prepare a laminating thin film on the substrate made of polycarbonate resin.

[Claim 2] The recycle approach of a disk-like information record medium according to claim 1 that a disk-like information record medium is a disk-like information record medium with which the laminating thin film which consists of a pigment layer, reflective film, and a protective layer was prepared on the substrate made of polycarbonate resin.

[Claim 3] The recycle approach of a disk-like information record medium according to claim 1 that a disk-like information record medium is a disk-like information record medium with which the laminating thin film which consists of a derivative layer, record film, reflective film, and a protective layer was prepared on the substrate made of polycarbonate resin.

[Claim 4] The recycle approach of the disk-like information record medium according to claim 1 to 3 performed while irradiating a supersonic wave at this grinding object after grinding a disk-like information record medium for separation removal of a laminating thin film.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the art of the discarded disk-like information record medium. After collecting substrates from the discarded disk-like information record medium in more detail, it is related with the approach of collecting as polycarbonate resin with which giant-molecule quantification of the resin of a substrate was carried out, and physical properties were improved.

[0002]

[Description of the Prior Art] Since high density record is possible for disk-like information record media, such as an optical disk, they are broadly used for record of music, an image, and various information. The compact disk which the laminating thin film which consists of a pigment layer, reflective film, and a protective layer is prepared on the substrate made of polycarbonate resin, and it comes to build, and the magneto-optic-recording disk with which it comes to prepare the laminating thin film which consists of a derivative layer, record film, reflective film, and a protective layer on the substrate made of polycarbonate resin are used for this disk-like information record medium in large quantities.

[0003] And although the disposal according to [the trash of a these disk-like information record medium] to incineration etc. to after recovery has been made, the approach of recycling these is examined in consideration of the effect on natural environment. For example, in JP.7-207059.A, JP.7-207060.A, and JP.7-316280.A, although the approach of disassembling the polycarbonate resin of a substrate and collecting as bisphenols of a raw material is proposed after grinding the trash of a disk-like information record medium and carrying out separation removal of the laminating thin film part on a substrate, by this approach, there is a problem that there are many routing counters to recovery and cost also increases.

[0004] Moreover, in JP.7-256839.A, although the method of collecting polycarbonate resin by carrying out grinding processing of the magneto-optic-recording disk in an alkali water solution, and carrying out separation removal of the laminating thin film part from a substrate is proposed, since what has molecular weight lower than the common polycarbonate resin for shaping materials is use, the polycarbonate resin for magneto-optic-recording disks has the difficulty that the purpose for spending of the collected polycarbonate resin is limit. Moreover, in JP.8-142054.A, although the approach of blending with the common polycarbonate resin for shaping materials, and using it as shaping material is proposed without carrying out separation removal of the laminating thin film part from the grinding object of disk-like information record-medium trash, in points, such as the physical properties of the shaping material, and a mold-goods appearance, there is a difficulty that the purpose for spending is limited. Furthermore, in JP.11-152371.A, after dissolving polycarbonate resin trash, such as a dropping object from a making machine, and a disk-like information record medium, in a chlorinated-hydrocarbon solvent and removing the insoluble matter, the nonsolvent of a polycarbonate was added to the solution and the approach of collecting solid polycarbonates is proposed. However, there is a difficulty that a making machine is corroded by the chlorinated hydrocarbon which remains in the collected polycarbonate from using the chlorinated hydrocarbon for a solvent in this case.

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejie

2005/12/13

hydroxyphenyl) methane, 1 and 1-screw (4-hydroxyphenyl) ethane, 2, and 2-screw (4-hydroxy-3-methylphenyl) propane, Screw (4-hydroxyphenyl) alkanes, such as 2 and 2-screw (4-hydroxy-3,5-dimethylphenyl) propane, 1, and 1-screw (4-hydroxyphenyl) cyclohexane, a screw (4-hydroxyphenyl) sulfone, etc. are used. Moreover, as a carbonate precursor, a phosgene, the dihaloformate of diphenyl carbonate and a dihydric phenol, etc. are used. Furthermore, on the occasion of manufacture of this polycarbonate resin, the polycarbonate resin of 14,000-16,000 within the limits is used for the shaping material of a substrate for viscosity average molecular weight using the catalyst, the molecular weight modifier, etc.

[0011] And what the laminating thin film prepared on this polycarbonate resin substrate changed with gestalt of an information record medium, for example, prepared the reflective film and a protective layer on the substrate, and the thing which carried out the laminating of a pigment layer, the reflective film, and the protective layer, and constituted them on the substrate are used. Organic compounds, such as cyanine dye, are used for this pigment layer, and aluminum is used as reflective film. Moreover, ultraviolet-rays hardening resin, such as acrylic resin, is used for the protective layer. And in the magneto-optic-recording disk, on the substrate, the laminating of the thin film of the derivative film of a silicon system, the record film of a terbium alloy, and the aluminum metallic reflection film is carried out, and it is constituted. Even if it is trash of the disk-like information record medium constituted by preparing the laminating thin film of which [these] gestalt, it can consider as the object of the recycle approach of this invention.

[0012] Next, in carrying out separation removal of the laminating thin film from the substrate of a these disk-like information record medium, beforehand, after grinding that disk-like information record medium in a 2-20mm grinding object preferably the average dimension of 1-50mm, separation removal of this thin film is carried out by contacting this grinding object to halogen a non-containing solvent or, and a supercritical medium. Since it comes to exfoliate from a substrate when coloring matter is eluted from the amputation stump section of the pigment layer which the separation from the substrate of this thin film in the separation removal process of a subsequent laminating thin film exposed to the fracture surface of a disk-like information record medium, the average dimension of the grinding object of this disk-like information record medium is set to 1-50mm for making the moderate fracture surface appear. It is because the energy which separation removal of this thin film from a substrate comes to take long duration to as the average dimension of this grinding object is 50mm or more, and that grinding takes this dimension for being referred to as less than 1mm increases.

[0013] Wet grinding is desirable although dry grinding or wet grinding may be used for grinding here. What is necessary is to just be based on common devices, such as a hammer crusher, a jaw crusher, a hammer mill, a cutter mill, a feather mill, and a turbo mill, as a grinder. Moreover, what is necessary is for 0-50 degrees C of temperature at the time of this grinding to be 20-25 degrees C preferably, and just to make grinding time amount into 1 minute - 7 minutes preferably for 10 seconds to 10 minutes.

[0014] And although the grinding object of this disk-like information record medium is contacted to halogen a non-containing solvent or, and a supercritical medium and separation removal of the laminating thin film is carried out from a substrate As halogen a non-containing solvent used here, for example Water, methyl alcohol, Cellosolve Solvents, such as alcohols solvent, 1, such as ethyl alcohol, isopropyl alcohol, and n-butyl alcohol, 2-ethylene diol, glycerol, methyl cellosolve, and ethylcellosolve; 4-hydroxy-2-butanone, Ketones, such as HIDONOKISHI ketones; acetones, such as 2-hydroxy-2-methyl-3-butanone and diacetone alcohol, and a methyl ethyl ketone; ethers solvents, such as a tetrahydrofuran, are mentioned as a suitable thing. Moreover, the medium of supercritical conditions, such as a carbon dioxide, is mentioned as a supercritical medium.

[0015] It can carry out as a desirable approach in the case of carrying out separation removal of the laminating thin film of the grinding object of this disk-like information record medium from a substrate, irradiating a supersonic wave at this grinding object. The energy density which it is desirable that it is the range of 2-28kHz as for the frequency of this supersonic wave, and is produced by supersonic vibration is 0.5 W/cm². Considering as the above is desirable. Moreover,

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejie

2005/12/13

[0005] Since it was such, development of the approach of collecting as polycarbonate resin which has sufficient physical properties to use for a shaping material was desired rather than the trash of a disk-like information record medium.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at offering the approach of collecting as polycarbonate resin which has sufficient physical properties to use for a shaping material from the trash of a disk-like information record medium.

[0007]

[Means for Solving the Problem] In the approach of carrying out separation removal of this thin film, and collecting polycarbonate resin from the disk-like information record medium which comes to prepare the laminating thin film section on the substrate made of polycarbonate resin as a result of repeating examination variously, in order that this invention person may solve the above-mentioned technical problem After carrying out separation removal of the laminating thin film by grinding this disk-like information record medium and making halogen a non-containing solvent or, and a supercritical medium contact. Based on a header and these knowledge, it came to complete this invention for the ability of the above-mentioned purpose to be attained by performing solid state polymerization and considering as with a viscosity average molecular weight of 18,000 or more polycarbonate resin by using the obtained polycarbonate resin powder as a raw material.

[0008] That is, the summary of this invention is as follows.

(1) The recycle approach of the disk-like information record medium characterize by to perform solid state polymerization and to consider as with a viscosity average molecular weight of 18,000 or more polycarbonate resin by use the obtained polycarbonate-resin powder as a raw material after carry out the separation removal of the laminating thin film by grind this disk-like information record medium, and make halogen a non-contains solvent or, and a supercritical medium contact in the approach of carry out separation removal of this thin film, and collect polycarbonate resin from the disk-like information record medium which come to prepare a laminating thin film on a polycarbonate-resin substrate.

(2) The recycle approach of a disk-like information record medium given in the above (1) whose disk-like information record medium is a disk-like information record medium with which the laminating thin film which consists of a pigment layer, reflective film, and a protective layer was prepared on the polycarbonate resin substrate.

(3) The recycle approach of a disk-like information record medium given in the above (1) whose disk-like information record medium is a disk-like information record medium with which the laminating thin film which consists of a derivative layer, record film, reflective film, and a protective layer was prepared on the polycarbonate resin substrate.

(4) The recycle approach of a disk-like information record medium given in either of aforementioned (1) - (3) performed while irradiating a supersonic wave at this grinding object after grinding a disk-like information record medium for separation removal of a laminating thin film.

[0009]

[Embodiment of the Invention] In the approach of this invention carrying out separation removal of this thin film from the disk-like information record medium which comes to prepare a laminating thin film on a polycarbonate resin substrate, and collecting polycarbonate resin After carrying out separation removal of the laminating thin film by grinding this disk-like information record medium and making halogen a non-containing solvent or, and a supercritical medium contact. It is the recycle approach of the disk-like information record medium characterized by performing solid state polymerization and considering as with a viscosity average molecular weight of 18,000 or more polycarbonate resin by using the obtained polycarbonate resin powder as a raw material.

[0010] The polycarbonate resin currently used as a substrate of a these disk-like information record medium is usually manufactured by making these react with a solution method or saponification using a dihydric phenol and a carbonate precursor. As this dihydric phenol, although various compounds are used For example, 2 and 2-screw (4-hydroxyphenyl) propane, screw (4-

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejie

2005/12/13

as a medium at the time of the exposure of this supersonic wave, the above-mentioned halogen non-containing solvents, such as water, an alcohols solvent, ketones, and an ethers solvent, are used suitably. Furthermore, if it adds a surfactant in using water, the ridge after the reattachment prevention to the substrate of the reflective film or processing can be performed effectively.

[0016] After doing in this way and, carrying out separation removal of the laminating thin film more nearly next than a disk-like information record medium, it collects as polycarbonate resin which has the physical properties which can be used as a shaping material of a common fabrication article by carrying out solid state polymerization, using the powder of the obtained polycarbonate resin substrate as a raw material, and considering as with a viscosity average molecular weight of 18,000 or more polycarbonate resin.

[0017] In the solid-state-polymerization process which uses this polycarbonate resin powder as a raw material, first, crystallization processing of polycarbonate resin powder is performed and let that gestalt be polycarbonate resin of powdered or granularity by porosity. As this crystallization approach, any of a solvent approach, a supercritical medium approach, and the heat crystallizing method may be adopted. As a solvent used in this solvent approach Chloromethane, a methylene chloride, chloroform, a carbon tetrachloride, chloroethane, Aliphatic series halogenated hydrocarbon, such as dichloroethanes, trichloroethane, a trichloroethylene, and tetrachloroethanes. Aromatic series halogenated hydrocarbon, such as a chlorobenzene and dichlorobenzenes. One sort or two sorts or more of solvents chosen from aromatic hydrocarbon, such as ketones, such as ester, such as ether, such as a tetrahydrofuran and dioxane, methyl acetate, and ethyl acetate, an acetone, and a methyl ethyl ketone, benzene, toluene, and xylene, are mentioned.

[0018] It is convenient to add the catalyst for solid state polymerization performed after that, and to carry out homogeneity distribution at the time of crystallization processing of the grinding object of this substrate. There is especially no constraint about the catalyst used here, and a well-known solid-state-polymerization catalyst, for example, tetra-alkylammonium, tetra-alkyl phosphonium carboxylate, the fourth ammonium BLOKISHI anion salt, a transition-metals oxide, a transition-metals alkoxide, etc. are mentioned. As for the addition of this catalyst, it is desirable to consider as the range of 0.1-200 ppm in the concentration in raw material polycarbonate resin.

[0019] Moreover, when carrying out crystallization processing for the grinding object of a substrate with a supercritical medium approach, the grinding object of a substrate can be crystallized by making it contact in the state of the condition which liquefied the carbon dioxide, or supercritical. Furthermore, when carrying out crystallization processing of the grinding object of this substrate by the heat crystallizing method, it can be made to crystallize according to the melting temperature of the polycarbonate used for this substrate by heat-treating at the temperature within the limits of 180-240 degrees C.

[0020] Next, in the solid-state-polymerization process of the raw material polycarbonate resin which added this catalyst, temperature lower 50 degrees C than the melting temperature of raw material polycarbonate resin is exceeded, and let that reaction temperature be the temperature requirement of under the melting temperature of raw material polycarbonate resin. It reacts in such a temperature requirement because the raw material polycarbonate resin of powdered or granularity welds, the extract to the outside of the system of reaction of the aromatic series mono-hydroxy compound generated at this reaction or diaryl carbonates becomes difficult, and advance of macromolecule quantification may be checked, when that rate of reaction will become slow, productivity will fall, if reaction temperature is below temperature lower 50 degrees C than the melting temperature of raw material polycarbonate resin, and reaction temperature becomes more than the melting temperature of raw material polycarbonate resin.

[0021] Moreover, the aromatic series mono-hydroxy compound generated by this solid-state-polymerization reaction and diaryl carbonates are desirable when extracting out of the system of reaction promptly promotes a reaction. Then, it is good to introduce low-grade hydrocarbon gas, such as inert gas, such as nitrogen gas, argon gas, gaseous helium, and choke damp, or methane and ethane gas, a liquefied petroleum gas, and a commercial butane, into this system of reaction,

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejie

2005/12/13

to make a these aromatic series mono-hydroxy compound and diaryl carbonate accompany to inert gas etc., and to make it extract out of the system of reaction. Moreover, it may react by making the system of reaction reduced pressure, and the approach of extracting the aromatic series mono-hydroxy compound generated here and diaryl carbonate out of the system of reaction may be adopted.

[0022] And the solid state polymerization of this raw material polycarbonate resin is made to react until the viscosity average molecular weight of the generation polycarbonate resin obtained becomes 18,000 or more. Therefore, if sample extraction is carried out and the viscosity average molecular weight is beforehand grasped from the grinding object of disk-like information record-medium trash, it is convenient to a setup of reaction temperature or reaction time. Viscosity average molecular weight of this generation polycarbonate resin is made or more into 16,000 for obtaining as polycarbonate resin possessing the physical properties which have mechanical strengths, such as impact strength-proof equivalent to the polycarbonate resin compounded from the common aromatic series dihydroxy compound in the recovery polycarbonate resin from disk-like information record-medium trash, and tensile strength, and high thermal resistance, and can be used as a material of various mold goods.

[0023] Thus, the recovery polycarbonate resin from disk-like information record-medium trash is independent, or this can be used for it as other polycarbonate resin and a shaping [in / it blends with high intensity resin other than polycarbonate resin further, and / broad fields such as autoparts, housing of the electrical and electric equipment, and housing of OA equipment] material.

[0024]

[Example] Below, an example explains this invention to a detail further.

[Example 1] The trash of a compact disk was ground and the grinding object the dimension of whose is 5-20mm was obtained. Subsequently, ultrasonic irradiation of this grinding object was carried out for 10 minutes into pure water. The frequency of an ultrasonic wave oscillator is 26kHz, and the output was set to 600W. Consequently, coloring matter exuded from the coloring matter phase of a compact disk, between a substrate and coloring matter phases exfoliated, the part adhered to the protective coat and the other sections separated the reflective film as a metal powder.

[0025] By collecting substrates and next, carrying out ultrasonic irradiation of this for 3 minutes through ethyl alcohol, the coloring matter adhering to a substrate was dissolved into ethyl alcohol, and the debris of a pure substrate was obtained. The viscosity average molecular weight of this raw material polycarbonate sampled and measured from this debris was as low as 14,200. Incidentally, in the polycarbonate resin of molecular weight of this amount, a mechanical strength is low and cannot make it the material of common mold goods.

[0026] Next, cyclohexyl triphenyl phosphonium tetraphenyl borate 0.52mg of 20g of debris of the substrate collected above, 50ml of paraxylene of a solvent, and a solid-state-polymerization catalyst was supplied to the separable flask made from nickel of 100ml of content volume equipped with Dimroth and an agitator, and it heated with the mantle heater to it at 160 degrees C. And stirring the contents of this separable flask, paraxylene was made to flow back over 1 hour, and solvent processing of a raw material polycarbonate was carried out. Then, to the room temperature, it cooled, and the separable flask was removed from the mantle heater and it was [the crystalline polycarbonate which deposited was carried out the ** exception, and] air-dry. The yield of the polycarbonate fine particles obtained here was 19.6g, and recovery was 98%.

[0027] Subsequently, putting 10g of polycarbonate fine particles obtained here into a stainless steel tube-manufacturing mold reactor with a diameter [of 58mm], and a die length of 170mm, and circulating nitrogen gas by 100ml the flow rate for /to a reactor, the temperature up was carried out from a room temperature to 240 degrees C, and solid state polymerization was performed over 1 hour at 240 degrees C. The reactor was cooled to the room temperature after reaction termination, and target polycarbonate resin was collected. The viscosity average molecular weight of the polycarbonate resin obtained here was 21,800.

[0028] [Example 2] The debris of a pure substrate was collected from compact disk trash like the example 1. Next, after crystalizing this substrate debris by supercritical carbon-dioxide

processing in the temperature of 150 degrees C, and the conditions of pressure 15MPa, solid state polymerization was performed like the example 1, and the polycarbonate resin with which molecular weight increased was obtained. The viscosity average molecular weight of the polycarbonate resin obtained here was 22,300.

[0029]

[Effect of the Invention] According to the approach of this invention, the approach of collecting as polycarbonate resin which has sufficient physical properties to use for a shaping material can be offered from the trash of a disk-like information record medium.

[Translation done.]